WO 2004/111293 PC1/JP2004/008133

#### 明細書

## 窒化処理方法及び装置

#### 技術分野

[0001] 本発明は、熱処理炉内にてワークを窒化処理する窒化処理方法及び装置に関する。

#### 背景技術

- [0002] 窒化処理は、鋼材からなるワークの表面を窒化させることによって窒化鉄層を形成し、これによりワーク表面を硬化する処理であり、広汎に実施されている。窒化処理の一方法としては、グロー放電によってプラズマ加熱を行うプラズマ窒化処理が挙げられる。
- [0003] ところで、ワークが冷えているとグロー放電が不安定となり、状況によってはアーク放電が発生し、ワーク表面の一部が溶解したり、あるいは、均一な窒化処理を施すことができなくなる不具合が生じる。特に、ワークの温度分布が不均一であると、窒化の進行度合いが場所によって異なってくるため、良好な製品を得ることができなくなってしまう。
- [0004] そこで、安定した窒化処理が可能な所望の温度までワークを迅速且つ均一に加熱することを目的として、ワークの周囲に赤外線ヒータ又はグラファイトクロス発熱体等の加熱手段を配設し、グロー放電と併用してワークを加熱するように構成した従来技術が知られている(例えば、特開昭52-82641号公報、特開昭53-23836号公報参照)。

### 発明の開示

# 発明が解決しようとする課題

- [0005] しかしながら、例えば、複雑な形状からなる複数のワークを同時に熱処理炉内に投入して加熱するような場合、上記の従来技術のように、単にグロー放電と加熱手段とを併用しただけでは、ワークを均一な温度分布とすることはできない。
- [0006] すなわち、グロー放電による発熱は、基本的には、グロー放電によって生成された 窒素イオンがワークの表面に衝突することにより生じるものであるが、ワークがある温

度以上に加熱されると、ワーク自身の放射熱によって周囲のワークを加熱することになるため、加熱手段に近接した部位と加熱手段から離間した部位との間に温度差が生じてしまう。なお、ワーク間に多数の加熱手段を配設すれば、この問題を解消可能となるが、例えば、異なる形状からなるワークに対して窒化処理を行うことが要求される多品種少量生産のような生産ラインにおいて、ワーク間の適切な位置に加熱手段を配設して構成することは、実質上不可能である。

- [0007] 本発明の一般的な目的は、ワークを安定した窒化処理が可能な温度まで迅速且つ 均一に加熱し、ワークの温度ばらつきの少ない状態で良好な窒化処理を施すことが できる窒化処理方法及び装置を提供することにある。
- [0008] 本発明の主たる目的は、複雑な形状からなる多数のワークに対して、極めて良好な 窒化処理を施すことができる窒化処理方法及び装置を提供することにある。
- [0009] 本発明の他の目的は、異なる多種類のワークに容易に適用することができる窒化 処理方法及び装置を提供することにある。
- [0010] 本発明の他の目的は、横型熱処理炉に適用して良好な窒化処理を施すことができる窒化処理方法及び装置を提供することにある。
- [0011] 本発明のさらに他の目的は、ワークの温度を高精度に管理して極めて良好な窒化処理を施すことができる窒化処理方法及び装置を提供することにある。 課題を解決するための手段
- [0012] 本発明では、グロー放電を発生させるためのパルス電圧の周波数を1kHz以上とすることにより、電流が連続的に通電される時間を1ms以下とし、短い検知時間でアーク放電の継続を阻止することで、アーク痕が発生する電圧に到達する以前に電流を遮断するため、アーク痕の発生を防止して安定したグロー放電状態を維持し、ワーク表面を損傷させることなく加熱することができる。なお、検知時間は、より短いほうが好ましく、従って、例えば、パルス電圧を発生させる電源としては、15kHz程度のものを使用すると好適である。また、グロー放電によってワークが直接加熱されるため、ワークの形状やワークの配置等によらず、特に、対流や発熱体からの距離、ワークの個数等によりばらつきの生じ易い横型熱処理炉のような構造であっても、熱処理炉内のワーク温度を均一に上昇させることができる。なお、グロー放電と発熱体による加熱とを

併用することにより、均一な温度分布を維持した状態でワークを迅速に加熱することができる。この結果、全てのワークが一定温度に到達するまでの所要時間が短く、また、ワークを一定温度に保持する必要時間も短縮することができる。

- [0013] また、加熱中におけるワークの温度を検出し、温度が350℃に到達した後、グロー放電の電流密度を減少させることにより、グロー放電によって加熱されたワーク自体からの過剰な放射熱の発生を回避し、熱処理炉内の温度分布を均一に維持することができるとともに、急激な温度上昇を回避することができる。次いで、この温度からワークの周囲に配設した発熱体を用いてワークをさらに加熱することにより、ワークを所望の窒化処理温度に高精度に設定することができる。
- [0014] この場合、ワークの温度が所望の窒化処理温度を超過すると、ワークに異常組織が 生成されてしまうおそれがあるが、本発明では、グロー放電による発熱を高精度に調 整することができるため、ワークをオーバーシュートすることのない高温度に設定して 窒化処理に要する時間を短縮することができる。
- [0015] なお、グロー放電の電流密度としては、0.05~7mA/cm²に設定すると好適である。0.05mA/cm²未満であると、特に低温時において、グロー放電が安定せず、均一な加熱ができない。また、電流密度を7mA/cm²よりも大きく設定すると、アーク放電に移行しワークの損傷が生じる。なお、電流密度が0.1mA/cm²未満では、昇温に時間がかかり、また、4mA/cm²を超えると、突起部等を有するワークの場合、突起部等にイオン衝突が起こり易く、異常加熱するおそれがある。従って、電流密度は、0.1~4mA/cm²の範囲に設定することが好ましい。
- [0016] さらに、本発明では、ワークの温度を接触式の温度計を用いることなく高精度に検出するため、熱処理炉内にダミーワークを配設し、ダミーワークの接触温度と放射温度とを検出するとともに、ワークの放射温度を検出し、ダミーワークの接触温度及び放射温度の温度差からワークの放射温度を補正してワーク自体の温度を推定する。このようにして推定したワークの温度に基づいて、グロー放電や発熱体による加熱を制御することにより、ワークの温度を高精度に管理して極めて良好な窒化処理を行うことができる。

図面の簡単な説明

[0017] [図1]本実施形態の窒化処理装置を含む窒化処理システムの概略構成図である。 [図2]窒化処理の対象であるワーク及びそれを収納したマガジンの説明図である。 [図3]本実施形態の横型熱処理炉及びその制御回路の構成説明図である。 [図4]本実施形態の窒化処理方法のフローチャートである。

[図5]本実施形態の窒化処理方法におけるワーク温度、電流密度及びヒータ出力の 関係説明図である。

発明を実施するための最良の形態

- [0018] 図1は、本実施形態の窒化処理装置を含む窒化処理システム10の概略構成図である。この窒化処理システム10には、図2に示すように、ワークである複数のクランクシャフト12が治具14に位置決めされたマガジン16として供給される。
- [0019] 窒化処理システム10は、コンベア18によって搬送されるクランクシャフト12に付着した塵や油等を除去する洗浄機20と、洗浄されたクランクシャフト12をコンベア18から受け取って各作業ステーションに搬送するコンベア22と、コンベア22に沿った複数の作業ステーションに配置される横型熱処理炉24と、コンベア22の最終端に接続されるコンベア27によって搬送されるクランクシャフト12を冷却する冷却槽25とを備える。
- [0020] 図3は、各作業ステーションに配置される横型熱処理炉24及びその制御回路の構成説明図である。
- [0021] 横型熱処理炉24は、クランクシャフト12に対してプラズマ窒化処理を施す熱処理炉であり、クランクシャフト12が位置決めされたマガジン16を水平方向に出入する横型として構成される。横型熱処理炉24には、基台26上に内側隔壁28及び外側隔壁30が配設される。
- [0022] 内側隔壁28は、治具14とともにクランクシャフト12を収納する窒化雰囲気からなる窒化処理室32を形成する。また、内側隔壁28と外側隔壁30との間の空間は、内側隔壁28を冷却して熱放射の影響をなくし、窒化処理室32の温度上昇時の制御を容易にする冷却液通路33を形成する。
- [0023] 窒化処理室32には、内側隔壁28及び基台26に沿って複数の電気ヒータ34(発熱体)が配設される。また、窒化処理室32には、物性がクランクシャフト12と同等のダミ

ーワーク36が配設される。なお、ダミーワーク36は、クランクシャフト12そのものであってもよい。

- [0024] 基台26には、マガジン16に電気的に接続される負電極38が絶縁体40を介して配設されるとともに、ダミーワーク36に電気的に接続される負電極42が絶縁体44を介して配設される。また、窒化処理室32の電気ヒータ34の内側には、電極板45が配設される。この電極板45には、正電極46が接続される。これらの負電極38、42と正電極46との間には、1kHz以上の周波数からなるパルス電圧を印加する放電用電源ユニット48(グロー放電発生手段)が接続される。電気ヒータ34には、ヒータ電源ユニット50(加熱手段)が接続される。
- [0025] また、窒化処理室32には、クランクシャフト12の放射温度を検出するワーク用放射温度計52と、ダミーワーク36の放射温度を検出するダミーワーク用放射温度計54と、ダミーワーク36に固定され、ダミーワーク36の接触温度を検出する熱電対からなるダミーワーク用接触温度計56とが配設される。ワーク用放射温度計52、ダミーワーク用放射温度計54及びダミーワーク用接触温度計56は、温度検出ユニット58(温度検出手段、温度算出手段)に接続される。温度検出ユニット58は、検出された各温度データからクランクシャフト12の温度を推定する。
- [0026] 窒化処理室32には、窒化処理室32の内部のガスを吸引して所望の真空度を得るための真空吸引ポンプ60がバルブ62を介して接続される。また、窒化処理室32には、窒化処理室32の内部にプラズマ窒化処理を行うためのガス、例えば、窒素ガス、水素ガス、アンモニアガス、アルゴンガス等の混合ガスである窒化処理ガスを供給する窒化処理ガス供給ユニット64がバルブ66を介して接続される。冷却液通路33には、冷却液を供給する冷却液供給ユニット68がバルブ70を介して接続される。なお、冷却液通路33に供給された冷却液は、バルブ72を介して外部に排出可能に構成される。
- [0027] 放電用電源ユニット48、ヒータ電源ユニット50、温度検出ユニット58、真空吸引ポンプ60、窒化処理ガス供給ユニット64及び冷却液供給ユニット68は、制御ユニット74(制御手段)によって制御される。
- [0028] 本実施形態の窒化処理システム10は、基本的には以上のように構成されるもので

あり、次にその動作及び作用効果につき、図4に示すフローチャートに従って説明する。

- [0029] 先ず、図2に示すように、治具14に複数のクランクシャフト12を位置決めしたマガジン16を準備し、このマガジン16をコンベア18によって洗浄機20に搬入し、各クランクシャフト12に付着している塵や油の除去を行う(ステップS1)。
- [0030] 次いで、クランクシャフト12が洗浄されたマガジン16をコンベア22によって搬送し、各横型熱処理炉24の窒化処理室32に投入する(ステップS2)。この場合、横型熱処理炉24は、横型であるため、縦型に比較すると、クランクシャフト12を保持した複数のマガジン16を窒化処理室32に対して容易に出入することができるとともに、窒化処理システム10のレイアウトを簡略化できる利点がある。また、一度に処理できるクランクシャフト12の処理数を容易に増加することができる。これに対して、縦型の場合、熱処理室を上方に大型に構成しなければならない。
- [0031] マガジン16が窒化処理室32に投入されると、治具14の底部が基台26に配設された負電極38と接続される。なお、窒化処理室32には、クランクシャフト12と物性が同等のダミーワーク36が予め配設されている。
- [0032] マガジン16が窒化処理室32に投入され、横型熱処理炉24を密閉した後、窒化処理室32を窒化雰囲気に設定する(ステップS3)。この場合、制御ユニット74は、真空吸引ポンプ60を駆動し、窒化処理室32の内部の空気を所定の真空度まで吸引した後、窒化処理ガス供給ユニット64を駆動し、窒素ガス、水素ガス、アンモニアガス、アルゴンガス等の混合ガスからなる窒化処理ガスを窒化処理室32に導入する。
- [0033] 次いで、冷却液供給ユニット68を駆動し、内側隔壁28と外側隔壁30との間の冷却液通路33に冷却液を導入し、内側隔壁28の壁面の冷却を開始する(ステップS4)。また、制御ユニット74は、放電用電源ユニット48に対して、周波数が15kHz、電流密度ρが2.5mA/cm²からなるパルス電圧を設定する(ステップS5)。さらに、制御ユニット74は、ヒータ電源ユニット50の出力Hを40%に設定する(ステップS6)。なお、ヒータ電源ユニット50は、窒化処理室32に投入するクランクシャフト12の1kg当たりの電力量(熱量)が160Wのときの出力を100%とする。従って、40%の出力Hは、64W/kgとなる。

WU 2004/111223 / rC1/Jr2004/000133

[0034] 処理条件を前記のように設定した後、窒化処理室32の窒化雰囲気の加熱及び窒化処理が開始される(ステップS7)。この場合、図5に示すように、クランクシャフト12が投入され、各処理条件の設定が完了して放電用電源ユニット48及びヒータ電源ユニット50が駆動されると(処理時間t0)、負電極38と正電極46との間に印加されるパルス電圧によってグロー放電が発生し、このグロー放電によって窒化処理室32の窒化処理ガスがイオン化してクランクシャフト12の表面に衝突することにより、クランクシャフト12が加熱される。また、クランクシャフト12を保持するマガジン16の外周部に配設されている電気ヒータ34が発熱し、その発熱による放射熱によって窒化処理室32の窒化雰囲気が加熱される。なお、グロー放電は、ダミーワーク36の表面においても発生するため、ダミーワーク36も同様にして加熱される。

[0035] ここで、負電極38、42と正電極46との間には、パルス周波数が15kHzの電圧が印 加されているため、窒化雰囲気が安定した窒化処理を開始できる温度まで十分に昇 温されていない状態であっても、アーク放電が発生することのない安定したグロー放 電状態が維持される。すなわち、電流が連続的に通電される時間が極めて短く、短 い検知時間でアーク放電の継続を阻止することで、アーク痕が発生する電圧に到達 する以前に電流を遮断し、アーク痕の発生を防止して安定したグロー放電状態を維 持することができる。 従って、クランクシャフト12の表面がアーク放電によって損傷す る事態が生じることはない。また、グロー放電による加熱は、放射熱によるものではな く、グロー放電によって生成された窒素イオン又は窒素ラジカルがクランクシャフト12 に衝突することによるものであるため、350℃未満では、クランクシャフト12の放射熱 による影響が少なく、隣接して配設されるクランクシャフト12の位置関係やクランクシ ャフト12の形状の影響を受けることがない。従って、クランクシャフト12は、グロー放 電によってむらなく加熱される。さらに、内側隔壁28に沿って配設され、出力が低く 設定された電気ヒータ34からの放射熱により、窒化処理室32の窒化雰囲気が加熱さ れるため、クランクシャフト12は、温度分布を均一に維持した状態で安定した所望の 窒化処理温度まで迅速に加熱される。

[0036] なお、昇温中において、冷却液通路33には、冷却液が供給されており、例えば、 内側隔壁28を冷却液で100℃以下に冷却維持することにより、電気ヒータ34からの 放射熱が内側隔壁28によって反射して内側に配設されたクランクシャフト12を必要 以上に加熱してしまう事態を回避することができる。従って、クランクシャフト12を一層 均一に昇温させることができる。

8

- [0037] 一方、クランクシャフト12の温度は、窒化処理室32に配設したダミーワーク36の温度と、クランクシャフト12の放射温度とを用いて高精度に推定される(ステップS8、S9)。
- [0038] すなわち、クランクシャフト12に近接して配設されたワーク用放射温度計52は、クランクシャフト12から放射された放射熱の温度である放射温度Trwを検出する。また、ダミーワーク36に近接して配設されたダミーワーク用放射温度計54は、ダミーワーク36から放射された放射熱の温度である放射温度Trdを検出する。さらに、ダミーワーク36に固定されたダミーワーク用接触温度計56は、ダミーワーク36の正確な接触温度Tcdを検出する。
- [0039] そこで、温度検出ユニット58は、ダミーワーク用放射温度計54によって検出された ダミーワーク36の放射温度Trdと、ダミーワーク用接触温度計56によって検出された ダミーワーク36の接触温度Tcdとの差を温度補正値 Δ Tとして求め、この温度補正 値 Δ Tを用いて、クランクシャフト12の温度Twを、

 $Tw = Trw + \Delta T$ 

として算出する。このようにしてクランクシャフト12の温度を算出することにより、クランクシャフト12に熱電対等の温度計を固定することなく、クランクシャフト12の温度Tw を非接触で高精度に推定することができる。

- [0040] 次に、制御ユニット74は、窒化処理室32の窒化雰囲気の加熱中において、温度検出ユニット58によって推定したクランクシャフト12の温度Twが400℃以上であるか否かの判定処理を行う(ステップS10)。この場合、クランクシャフト12の温度Twが400℃以上になると、クランクシャフト12自身の熱放射の影響を無視することができなくなり、このままグロー放電による加熱を継続すると、クランクシャフト12に温度むらの発生するおそれがある。
- [0041] そこで、クランクシャフト12の温度Twが400℃に到達したことが判定されると(処理 時間t1)、制御ユニット74は、放電用電源ユニット48を制御し、負電極38と正電極4

6との間に印加されるグロー放電の電流密度  $\rho$  を0. 5mA/cm²まで降下させるとともに(ステップS11)、ヒータ電源ユニット50の出力を90%(144kW/kg)まで上昇させる(ステップS12)。

- [0042] この場合、電流密度 ρ を 0.5mA/cm まで降下させることにより、グロー放電により加熱されたクランクシャフト12から放射熱が放射される事態を抑制することができるとともに、クランクシャフト12のグロー放電による急激な加熱を抑制することができる。また、ヒータ電源ユニット50の出力を90%(144kW/kg)まで上昇させることにより、クランクシャフト12の温度分布を均一に維持した状態で、電気ヒータ34からの放射熱によりオーバーシュートすることのない所望の窒化処理温度までクランクシャフト12を加熱することができる。なお、放電用電源ユニット48及びヒータ電源ユニット50によるクランクシャフト12の温度制御を行う場合、例えば、温度検出ユニット58によって推定したクランクシャフト12の温度Twに従い、電流密度ρを処理時間t1からt2まで徐々に降下させる一方、ヒータ電源ユニット50の出力を処理時間t1からクランクシャフト12の所望の窒化処理温度となるまで徐々に上昇させるように制御すると好適である。
- [0043] クランクシャフト12の温度Twが所望の窒化処理温度570℃に到達した後(ステップ S13)、制御ユニット74は、ヒータ電源ユニット50を制御してクランクシャフト12の温度Twを窒化処理温度570℃に維持する(ステップS14)。この間、クランクシャフト12の表面では、窒素イオンと鉄イオンとが反応することで窒化処理が進行する。
- [0044] そして、所定の時間が経過して窒化処理が完了すると(ステップS15、処理時間t3)、クランクシャフト12がマガジン16とともに横型熱処理炉24から排出される(ステップS16)。横型熱処理炉24から排出されたマガジン16は、コンベア22によって搬送され、冷却槽25に搬入されて冷却処理された後(ステップS17)、コンベア27を介して外部に排出される。

## 請求の範囲

[1] 熱処理炉(24)内にてワーク(12)を窒化処理する窒化処理方法であって、

前記熱処理炉(24)と前記ワーク(12)との間に1kHz以上の周波数からなる所定の電流密度のパルス電圧を印加し、発生するグロー放電によって前記ワーク(12)を加熱する第1ステップと、

前記ワーク(12)の温度が少なくとも350℃に到達した後、前記パルス電圧の電流 密度を減少させる一方、前記ワーク(12)の周囲に配設した発熱体(34)により前記ワ ーク(12)を所望の窒化処理温度まで加熱する第2ステップと、

からなり、前記グロー放電で生成された窒素イオン又は窒素ラジカルにより窒化処理を行うことを特徴とする窒化処理方法。

[2] 請求項1記載の方法において、

前記第1ステップでは、前記グロー放電及び前記発熱体(34)により発生する熱によって前記ワーク(12)を加熱し、

前記第2ステップでは、前記発熱体(34)による発熱量を前記第1ステップよりも高く 設定して加熱することを特徴とする窒化処理方法。

[3] 請求項1記載の方法において、

前記第2ステップでは、前記パルス電圧の電流密度を除々減少させる一方、前記ワーク(12)の周囲に配設した発熱体(34)により前記ワーク(12)を所望の窒化処理温度まで除々に加熱することを特徴とする窒化処理方法。

[4] 請求項1記載の方法において、

前記第2ステップでは、前記ワーク(12)が所望の窒化処理温度に到達した後、前記室化処理温度を維持させて窒化処理を遂行させることを特徴とする窒化処理方法

[5] 請求項1記載の方法において、

前記パルス電圧の電流密度は、0.05~7mA/cm $^2$ に設定することを特徴とする 窒化処理方法。

[6] 請求項1記載の方法において、 前記パルス電圧の電流密度は、0.1~4mA/cm²に設定することを特徴とする窒

化処理方法。

\*\* V MUUT/1114/

[7] 請求項1記載の方法において、

前記ワーク(12)の温度は、前記熱処理炉(24)内に配設したダミーワーク(36)の 放射温度及び接触温度の温度差を検出するとともに、前記ワーク(12)の放射温度 を検出し、前記ワーク(12)の前記放射温度を前記温度差によって補正して求めることを特徴とする窒化処理方法。

[8] 熱処理炉(24)内にてワーク(12)を窒化処理する窒化処理装置であって、

前記熱処理炉(24)と前記ワーク(12)との間に1kHz以上の周波数からなる所定の電流密度のパルス電圧を印加してグロー放電を発生させるグロー放電発生手段(48)と、

前記熱処理炉(24)内に配設される発熱体(34)により前記ワーク(12)を加熱する加熱手段(50)と、

前記ワーク(12)の温度を検出する温度検出手段(58)と、

前記温度検出手段(58)によって検出された前記ワーク(12)の温度に基づき、前記グロー放電発生手段(48)による前記グロー放電の電流密度を制御するとともに、前記加熱手段(50)を制御する制御手段(74)と、

を備えることを特徴とする窒化処理装置。

[9] 請求項8記載の装置において、

前記熱処理炉(24)は、

前記ワーク(12)を収容し、前記ワーク(12)との間でグロー放電を発生させる電極板(45)により囲繞される窒化処理室(32)と、

前記電極板(45)の外周部に前記発熱体(34)が配設され、隔壁(28)によって囲 繞される加熱室と、

前記隔壁(28)の外周部に配設され、前記隔壁(28)を冷却する冷却液が供給される冷却手段(33)と、

を備えることを特徴とする窒化処理装置。

[10] 請求項8記載の装置において、

前記温度検出手段(58)は、

前記熱処理炉(24)内に配設したダミーワーク(36)の放射温度を検出するダミーワーク用放射温度計(54)と、

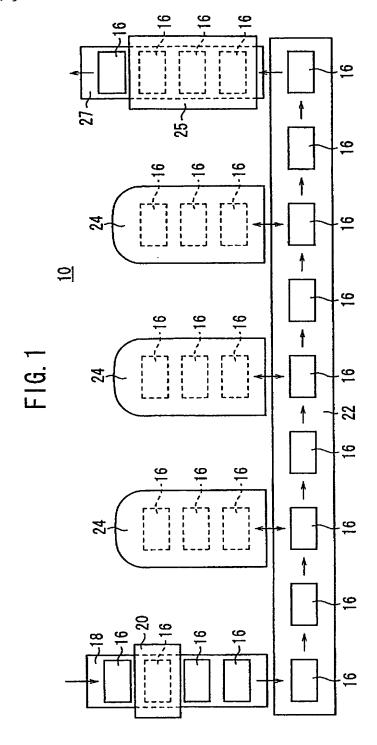
前記ダミーワーク(36)の接触温度を検出するダミーワーク用接触温度計(56)と、 前記ワーク(12)の放射温度を検出するワーク用放射温度計(52)と、

前記ダミーワーク(36)の前記放射温度及び前記接触温度の温度差を算出し、前記ワークの前記放射温度を前記温度差によって補正することで前記ワークの温度を算出するワーク温度算出手段(58)と、

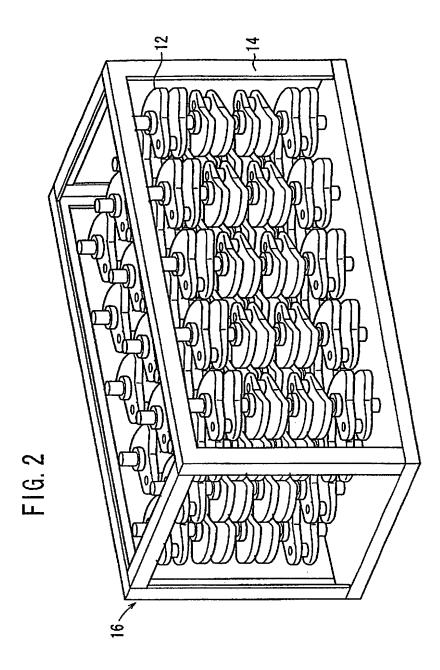
を備えることを特徴とする窒化処理装置。

- [11] 請求項8記載の装置において、 前記熱処理炉(24)は、横型熱処理炉であることを特徴とする窒化処理装置。
- [12] 請求項8記載の装置において、 前記ワーク(12)は、クランクシャフトであることを特徴とする窒化処理装置。

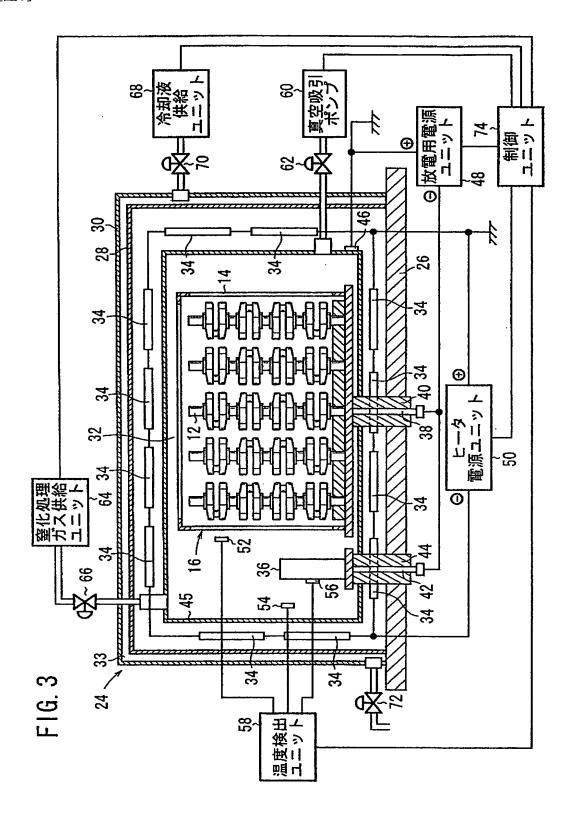
[図1]



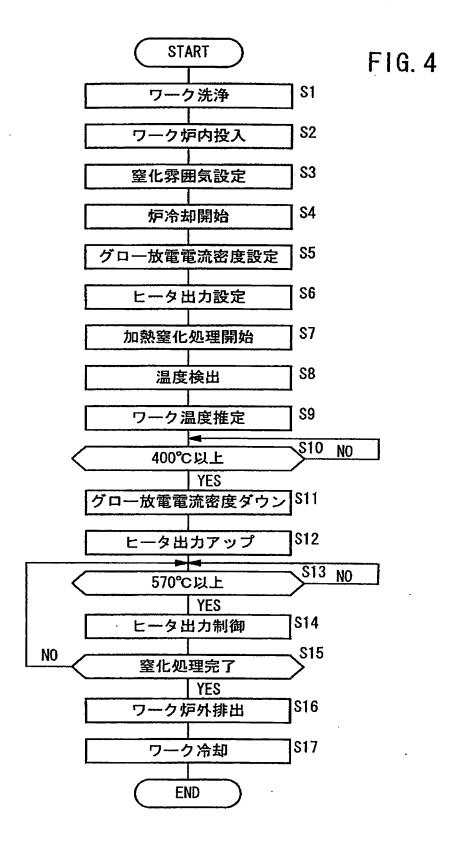
[図2]



[図3]

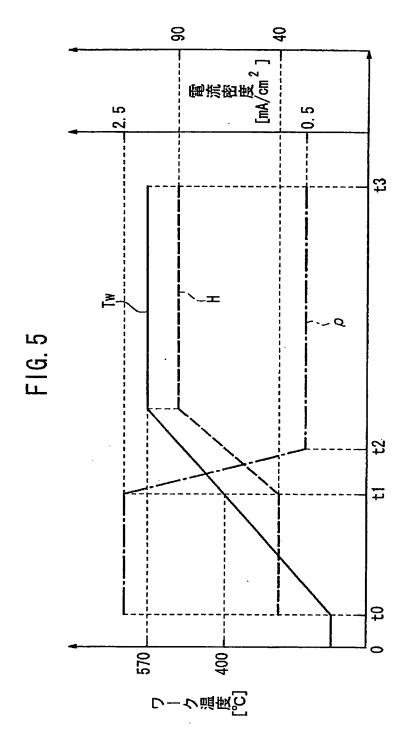


[図4]



[図5]

ヒータ出た例



処理時間